



# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 22 AOUT 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

REMISE DES PIÈCES DATE <b>6 SEPT 2002</b> LIEU <b>75 INPI PARIS B</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0211104</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>- 6 SEP. 2002</b> PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b> L'ORÉAL - DIPI Denis BOULARD 6, rue Bertrand Sinholle 92585 CLICHY cedex	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) OA02250/SD			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date ____/____/____ <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date ____/____/____			
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date ____/____/____			
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Mascara comprenant une cire collante			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		L'ORÉAL	
Prénoms			
Forme juridique		SA	
N° SIREN		. . . . .	
Code APE-NAF		. . . . .	
Adresse	Rue	14, rue Royale	
	Code postal et ville	75008	PARIS
Pays		France	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)		01.47.56.80.61	
N° de télécopie (facultatif)		01.47.56.73.88	
Adresse électronique (facultatif)			



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE <b>6 SEPT 2002</b> LIEU <b>75 INPI PARIS B</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0211104</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
<b>Vos références pour ce dossier :</b> <i>(facultatif)</i>		OA02250/SD	
<b>6 MANDATAIRE</b>			
Nom		BOULARD	
Prénom		Denis	
Cabinet ou Société		L'ORÉAL	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		4412	
Adresse	Rue	6 rue Bertrand Sincholle	
	Code postal et ville	92585	CLICHY Cedex
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		01.47.56.80.61	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		01.47.56.73.88	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance		<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) Denis BOULARD 06 Septembre 2002		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> 	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

La présente invention a pour objet une composition cosmétique de mascara comprenant une cire collante. L'invention concerne aussi un procédé cosmétique de maquillage ou de traitement des cils.

5

La composition de mascara peut être une composition de maquillage, une composition à appliquer sur un maquillage, dite encore top-coat, ou bien encore une composition de traitement des cils.

10 Les mascaras sont couramment préparés selon deux types de formulation : les mascaras aqueux, dits mascaras crèmes, sous forme d'émulsion de cires dans l'eau ; les mascaras anhydres ou à faible teneur en eau, dits mascaras water-

15 Il est connu d'employer diverses cires pour la formulation des mascaras comme celles décrites dans le document WO-A-91/12793, par exemple la cire d'abeille, la cire de candellila, la cire de carnauba, ou bien encore la cire de polyéthylène.

20 Toutefois, lorsque les mascaras contiennent certaines cires comme la cire de carnauba, la cire de son de riz ou la cire de polyéthylène, le maquillage des cils obtenu présente un aspect granuleux conférant ainsi un maquillage non lisse et non homogène, défauts qui rendent le maquillage inesthétique.

25 Par ailleurs, pour obtenir un mascara présentant de bonnes propriétés chargeantes, c'est-à-dire obtenir un maquillage épais des cils, il est possible d'incorporer dans le mascara une ou plusieurs cires en une teneur totale supérieure à 25 % en poids du poids total du mascara. Or en utilisant les cires classiques comme la cire d'abeille, la cire de candellila, ou la cire de carnauba dans ces teneurs élevées, la composition de mascara devient très consistante, voire trop compacte, et ne peut pas être appliquée facilement sur les cils avec les applicateurs de brosse à mascara couramment utilisés. Le mascara trop épais est déposé sur les cils sous

30 forme de paquets et le maquillage ainsi obtenu ne présente pas l'aspect lisse recherché ; le maquillage n'est pas homogène et a un aspect inesthétique. En outre, certaines cires comme la cire d'orange, la cire de lanoline, employées à des teneurs supérieures à 25 % en poids conduisent à des compositions qui ne sont pas suffisamment stables, notamment après un stockage de deux semaines

35 à température ambiante (25 °C) : la composition prend en masse (augmentation importante de la viscosité) ou présente un déphasage qui s'observe visuellement à l'œil nu. La composition est alors inappropriée pour être appliquée sur les cils.

40 Le but de la présente invention est de proposer une composition de mascara permettant d'obtenir un maquillage des cils homogène et lisse.

Un autre but de la présente invention est de disposer d'un mascara qui s'applique facilement sur les cils, pouvant comprendre un taux élevé de cire et présentant de bonnes propriétés chargeantes des cils.

Un autre but de l'invention est d'obtenir un mascara qui soit stable, notamment  
5 après un stockage de 24 heures à 25 °C.

Les inventeurs ont découverts qu'une telle composition pouvait être obtenue en utilisant une cire particulière présentant des propriétés collantes (collant élevé). Cette cire permet d'obtenir une composition de mascara qui s'applique facilement  
10 sur les cils, ayant une bonne accroche sur les cils et qui conduit à la formation d'un maquillage lisse et homogène, ne présentant pas d'aspect granuleux.

De plus, la cire collante peut être incorporée dans la composition en une teneur pouvant aller jusqu'à 50 % en poids, par rapport au poids total de la composition, sans obtenir une prise en masse de la composition : la composition est stable (no-  
15 tamment stabilité après 24 heures à 25 °C), reste d'une consistance crémeuse et s'applique facilement sur les cils.

Par ailleurs, le mascara permet d'obtenir une bonne séparation des cils : ces derniers ne sont pas collés entre eux.

20 De façon plus précise, l'invention a pour objet une composition de mascara comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, une cire ayant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa.

L'invention a également pour objet un procédé cosmétique de maquillage ou de  
25 soin non thérapeutique des cils comprenant l'application sur les cils d'une composition telle que définie précédemment.

L'invention a aussi pour objet l'utilisation d'une composition telle que définie précédemment pour obtenir un maquillage des cils homogène et/ou lisse et/ou épais  
30 et/ou une bonne séparation des cils maquillés.

L'invention a encore pour objet l'utilisation d'une cire ayant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa, dans une composition de mascara, pour obtenir un maquillage des cils homogène et/ou lisse et/ou épais  
35 et/ou obtenir un mascara stable et/ou une bonne séparation des cils maquillés.

On entend par « milieu cosmétiquement acceptable » un milieu cosmétique compatible avec les cils ou la peau.

40 La cire présente dans la composition selon l'invention a un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s, notamment allant de 0,7 N.s à 30 N.s, de préférence supérieur ou égal à 1 N.s, notamment allant de 1 N.s à 20 N.s, et préférentiellement supérieur

ou égal à 2 N.s, notamment allant de 2 N.s à 10 N.s, et plus préférentiellement supérieur ou égal à 2 N.s, notamment allant de 2 N.s à 5 N.s.

5 La cire collante a une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa, en particulier allant de 0,01 à 3,5 MPa, de préférence allant de 0,05 MPa à 3 MPa, et plus préférentiellement allant de 0,1 MPa à 2,5 MPa.

10 Par "cire", on entend au sens de la présente invention, un composé gras lipophile, solide à température ambiante (25°C) et pression atmosphérique (760 mm de Hg, soit  $10^5$  Pa), à changement d'état solide/liquide réversible, ayant une température de fusion supérieure à 30°C et mieux supérieure à 55 °C et pouvant aller jusqu'à 200° C, notamment jusqu'à 120 °C.

15 En portant la cire à sa température de fusion, il est possible de la rendre miscible aux huiles et de former un mélange homogène microscopiquement, mais en ramenant la température du mélange à la température ambiante, on obtient une recristallisation de la cire dans les huiles du mélange.

20 Les valeurs de point de fusion correspondent, selon l'invention, au pic de fusion mesurée à l'aide d'un calorimètre à balayage différentiel (D.S.C.), par exemple le calorimètre vendu sous la dénomination DSC 30 par la société METLER , avec une montée en température de 5 ou 10 °C par minute.

25 Le collant de la cire est mesuré à 20 °C à l'aide du texturomètre vendu sous la dénomination TA-TX2i par la société RHEO, équipé d'un mobile en polymère acrylique en forme de cône formant un angle de 45°, en mesurant l'évolution de la force (force de compression ou force d'étirement) (F) en fonction du temps, pendant l'opération suivante :

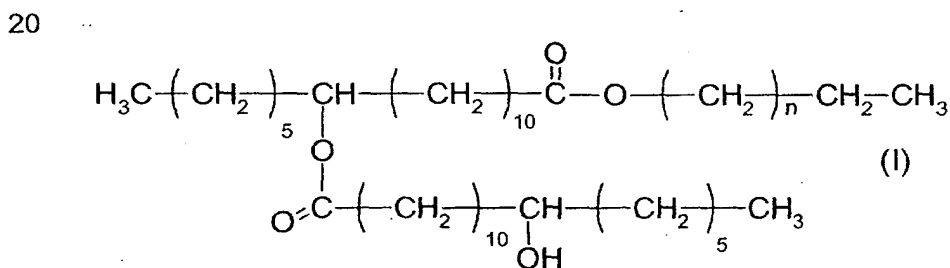
30 Le mobile est déplacé à la vitesse de 0,5 mm /s puis pénètre dans la cire jusqu'à une profondeur de pénétration de 2 mm. Lorsque le mobile a pénétré dans la cire à la profondeur de 2 mm, le mobile est maintenu fixe pendant 1 seconde (correspondant au temps de relaxation) puis est retiré à la vitesse de 0,5 mm/s. Pendant le temps de relaxation, la force (force de compression) décroît fortement jusqu'à devenir nulle puis, lors du retrait du mobile, la force (force d'étirement) devient négative pour ensuite croître à nouveau vers la valeur 0. Le collant correspond à 35 l'intégrale de la courbe de la force en fonction du temps pour la partie de la courbe correspondant aux valeurs négatives de la force (force d'étirement). La valeur du collant est exprimée en N.s.

40 Pour effectuer la mesure du collant de la cire, la cire est fondue à une température égale au point de fusion de la cire + 10 °C. La cire fondue est coulée dans un récipient de 25 mm de diamètre et de 20 mm de profondeur. La cire est recristallisée à température ambiante (25 °C) pendant 24 heures de telle sorte que la surface

de la cire soit plane et lisse, puis la cire est conservée pendant au moins 1 heure à 20 °C avant d'effectuer la mesure du collant.

La dureté de la cire est déterminée par la mesure de la force en compression mesurée à 20 °C à l'aide du texturomètre vendu sous la dénomination TA-XT2i par la société RHEO, équipé d'un cylindre en inox d'un diamètre de 2 mm se déplaçant à la vitesse de mesure de 0,1 mm/s, et pénétrant dans la cire à une profondeur de pénétration de 0,3 mm. Pour effectuer la mesure de dureté, la cire est fondue à une température égale au point de fusion de la cire + 20 °C. La cire fondue est coulée dans un récipient de 30 mm de diamètre et de 20 mm de profondeur. La cire est recristallisée à température ambiante (25 °C) pendant 24 heures, puis la cire est conservée pendant au moins 1 heure à 20 °C avant d'effectuer la mesure de dureté. La valeur de la dureté est la force de compression maximale mesurée divisée par la surface du cylindre du texturomètre en contact avec la cire.

Comme cire collante, on peut utiliser un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> (le groupe alkyle comprenant de 20 à 40 atomes de carbone), seul ou en mélange, en particulier un 12-(12'-hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>, de formule (I) :



dans laquelle n est un entier allant de 18 à 38, ou un mélange de composés de formule (I).

Aussi, l'invention a également pour objet une composition de mascara comprenant, dans un milieu physiologiquement acceptable, un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>, en particulier un 12-(12'-hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>, notamment de formule (I) comme décrit précédemment.

Une telle cire est notamment vendue sous les dénominations « KESTER WAX K 82 P » et « KESTER WAX K 80 P » par la société KOSTER KEUNEN.

La cire collante peut être présente dans la composition de mascara selon l'invention en une teneur allant de 0,5 % à 60 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 1 % à 50 % en poids, et plus préférentiellement allant de 10 % à 40 % en poids.



Le milieu physiologiquement acceptable du mascara peut comprendre un solvant volatil, notamment choisi parmi l'eau, les solvants organiques volatils et les huiles volatiles définis ci-après, et leurs mélanges.

5

La composition de mascara selon l'invention peut comprendre un milieu aqueux, constituant une phase aqueuse, qui peut former la phase continue de la composition.

10 La phase aqueuse peut être constituée essentiellement d'eau ; elle peut également comprendre un mélange d'eau et de solvant miscible à l'eau (miscibilité dans l'eau supérieure à 50 % en poids à 25 °C) comme les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone tels que l'éthanol, l'isopropanol, les glycols ayant de 2 à 8 atomes de carbone tels que le propylène glycol, l'éthylène glycol, le 1,3-butylène glycol, le dipropylène glycol, les cétones en C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, les aldéhydes en C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>.

15 La phase aqueuse (eau et éventuellement le solvant organique miscible à l'eau) peut être présente, en une teneur allant de 1 % à 95 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 3 % à 80 % en poids, et préférentiellement allant de 5 % à 60 % en poids.

20

La composition selon l'invention peut comprendre une huile ou solvant organique qui peut notamment former une phase grasse, et en particulier une phase grasse continue. La composition peut être une composition anhydre.

25

Par "huile ou solvant organique volatile", on entend au sens de l'invention tout milieu non aqueux susceptible de s'évaporer au contact de la peau en moins d'une heure, à température ambiante et pression atmosphérique. Le ou les solvants organiques volatils et les huiles volatiles de l'invention sont des solvants organiques et des huiles cosmétiques volatiles, liquides à température ambiante, ayant une pression de vapeur non nulle, à température ambiante et pression atmosphérique, allant en particulier de 10<sup>-2</sup> à 300 mm de Hg (1,33 Pa à 40.000 Pa) et de préférence supérieure à 0,3 mm de Hg (30 Pa). Par "huile non volatile", on entend une huile restant sur la peau à température ambiante et pression atmosphérique au moins plusieurs heures et ayant notamment une pression de vapeur inférieure à 10<sup>-2</sup> mm de Hg (1,33 Pa).

30

35

Ces huiles peuvent être des huiles hydrocarbonées, des huiles siliconées, ou leurs mélanges.

40

On entend par "huile hydrocarbonée", une huile contenant principalement des atomes d'hydrogène et de carbone et éventuellement des atomes d'oxygène, d'azote, de soufre, de phosphore. Les huiles hydrocarbonées volatiles peuvent être choisies parmi les huiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbo-

nes, et notamment les alcanes ramifiés en C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub> comme les isoalcanes en C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub> d'origine pétrolière (appelées aussi isoparaffines) comme l'isododécane (encore appelé 2,2,4,4,6-pentaméthylheptane), l'isodécane, l'isohexadécane, et par exemple les huiles vendues sous les noms commerciaux d'Isopars' ou de Permetyls, les esters ramifiés en C<sub>8</sub>-C<sub>16</sub> le néopentanoate d'iso-hexyle, et leurs mélanges. D'autres huiles hydrocarbonées volatiles comme les distillats de pétrole, notamment ceux vendus sous la dénomination Shell Solt par la société SHELL, peuvent aussi être utilisées. De préférence, le solvant volatil est choisi parmi les huiles volatiles hydrocarbonées ayant de 8 à 16 atomes de carbone et leurs mélanges.

Comme huiles volatiles, on peut aussi utiliser les silicones volatiles, comme par exemple les huiles de silicones linéaires ou cycliques volatiles, notamment celles ayant une viscosité  $\leq 8$  centistokes ( $8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ ), et ayant notamment de 2 à 7 atomes de silicium, ces silicones comportant éventuellement des groupes alkyle ou alkoxy ayant de 1 à 10 atomes de carbone. Comme huile de silicone volatile utilisable dans l'invention, on peut citer notamment l'octaméthyl cyclotétrasiloxane, le décaméthyl cyclopentasiloxane, le dodécaméthyl cyclohexasiloxane, l'heptaméthyl hexyltrisiloxane, l'heptaméthyl octyl trisiloxane, l'hexaméthyl disiloxane, l'octaméthyl trisiloxane, le décaméthyl tétrasiloxane, le dodécaméthyl pentasiloxane et leurs mélanges.

L'huile volatile peut être présente dans la composition selon l'invention en une teneur allant de 0,1 % à 98 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 1 % à 65 % en poids.

La composition peut également comprendre au moins une huile non volatile, et notamment choisie parmi les huiles hydrocarbonées et/ou siliconées non volatiles. Comme huile hydrocarbonée non volatile, on peut notamment citer :

- les huiles hydrocarbonées d'origine végétale telles que les triglycérides constitués d'esters d'acides gras et de glycérol dont les acides gras peuvent avoir des longueurs de chaînes variées de C<sub>4</sub> à C<sub>24</sub>, ces dernières pouvant être linéaires ou ramifiées, saturées ou insaturées ; ces huiles sont notamment les huiles de germe de blé, de tournesol, de pépins de raisin, de sésame, de maïs, d'abricot, de ricin, de karité, d'avocat, d'olive, de soja, l'huile d'amande douce, de palme, de colza, de coton, de noisette, de macadamia, de jojoba, de luzerne, de pavot, de potimarron, de sésame, de courge, de colza, de cassis, d'onagre, de millet, d'orge, de quinoa, de seigle, de carthame, de bancoulier, de passiflore, de rosier muscat ; ou encore les triglycérides des acides caprylique/caprique comme ceux vendus par la société Stéarinerie Dubois ou ceux vendus sous les dénominations Miglyol 810, 812 et 818 par la société Dynamit Nobel,
- les éthers de synthèse ayant de 10 à 40 atomes de carbone ;

- les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique tels que la vaseline, les polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que le parléam, le squalane, et leurs mélanges;
  - les esters de synthèse comme les huiles de formule  $R_1COOR_2$  dans laquelle  $R_1$  représente le reste d'un acide gras linéaire ou ramifié comportant de 1 à 40 atomes de carbone et  $R_2$  représente une chaîne hydrocarbonée notamment ramifiée contenant de 1 à 40 atomes de carbone à condition que  $R_5 + R_6$  soit  $\geq 10$ , comme par exemple l'huile de Purcellin (octanoate de céstéaryle), le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, le benzoate d'alcool en  $C_{12}$  à  $C_{15}$ , le laurate d'hexyle, l'adipate de diisopropyle, l'isononanoate d'isononyl, le palmitate de 2-éthyl-hexyle, l'isostéarate d'isostéarate, des octanoates, décanoates ou ricinoléates d'alcools ou de polyalcools comme le dioctanoate de propylène glycol ; les esters hydroxylés comme le lactate d'isostéaryle, le malate de di-isostéaryle ; et les esters du pentaérythritol ;
  - les alcools gras liquides à température ambiante à chaîne carbonée ramifiée et/ou insaturée ayant de 12 à 26 atomes de carbone comme l'octyl dodécanol, l'alcool isostéarylique, l'alcool oléique, le 2-hexyldécanol, le 2-butyloctanol, le 2-undécylpentadécanol ;
  - les acides gras supérieurs tels que l'acide oléique, l'acide linoléique, l'acide linoléique ;
- et leurs mélanges.

Les huiles de silicone non volatiles utilisables dans la composition selon l'invention peuvent être les polydiméthylsiloxanes (PDMS) non volatiles, les polydiméthylsiloxanes comportant des groupements alkyle ou alcoxy, pendant et/ou en bout de chaîne siliconée, groupements ayant chacun de 2 à 24 atomes de carbone, les silicones phénylées comme les phényl triméthicones, les phényl diméthicones, les phényl triméthylsiloxyl diphénylsiloxanes, les diphényl diméthicones, les diphényl méthyldiphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyl triméthylsiloxysilicates ;

Les huiles non volatiles peuvent être présentes dans la composition selon l'invention en une teneur allant de 0 à 30 % (notamment de 0,1 à 30 %) en poids, de préférence de 0 % à 20 % en poids (notamment 0,1 à 20 %), par rapport au poids total de la composition, et mieux de 0 % à 10 % en poids (notamment 0,1 % à 10 %).

La composition selon l'invention peut comprendre en outre une cire additionnelle, différente de la cire collante décrite précédemment.

La cire additionnelle peut être choisie parmi par exemple parmi la cire d'abeille, les cires de paraffine, l'huile de ricin hydrogénée, les cires de silicone.

Les cires (la cire collante et/ou les cires additionnelles) présentes dans la composition peuvent être dispersées sous forme de particules dans un milieu aqueux. En particulier, la cire peut être présente sous forme d'émulsion cire-dans-eau.

- 5 La cire additionnelle peut être présente dans la composition selon l'invention en une teneur allant de 0,1 % à 50 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 0,5 % à 30 % en poids, et mieux de 1 % à 20 % en poids.
- 10 La composition selon l'invention peut comprendre au moins un composé gras pâteux à température ambiante. Par "corps gras pâteux" au sens de l'invention, on entend des corps gras ayant un point de fusion allant de 20 à 55 °C, de préférence 25 à 45°C, et/ou une viscosité à 40 °C allant de 0,1 à 40 Pa.s (1 à 400 poises), de préférence 0,5 à 25 Pa.s, mesurée au Contraves TV ou Rhéomat 80, équipé d'un
- 15 mobile tournant à 60 Hz. L'homme du métier peut choisir le mobile permettant de mesurer la viscosité, parmi les mobiles MS-r3 et MS-r4, sur la base de ses connaissances générales, de manière à pouvoir réaliser la mesure du composé pâteux testé.
- 20 De préférence, ces corps gras sont des composés hydrocarbonés, éventuellement de type polymérique ; ils peuvent également être choisis parmi les composés siliconés; ils peuvent aussi se présenter sous forme d'un mélange de composés hydrocarbonés et/ou siliconés. Dans le cas d'un mélange de différents corps gras pâteux, on utilise de préférence les composés pâteux hydrocarbonés (contenant
- 25 principalement des atomes de carbone et d'hydrogène et éventuellement des groupements ester), en proportion majoritaire.
- Parmi les composés pâteux susceptibles d'être utilisés dans la composition selon l'invention, on peut citer les lanolines et les dérivés de lanoline comme les lanolines acétylées ou les lanolines oxypropylénées ou le lanolate d'isopropyle, ayant
- 30 une viscosité de 18 à 21 Pa.s, de préférence 19 à 20,5 Pa.s, et/ou un point de fusion de 30 à 55°C et leurs mélanges. On peut également utiliser des esters d'acides ou d'alcools gras, notamment ceux ayant 20 à 65 atomes de carbone (point de fusion de l'ordre de 20 à 35°C et/ou viscosité à 40 °C allant de 0,1 à 40 Pa.s)
- 35 comme le citrate de tri-isostéaryle ou de cétyle ; le propionate d'arachidyle ; le polylaurate de vinyle ; les esters du cholestérol comme les triglycérides d'origine végétale tels que les huiles végétales hydrogénées, les polyesters visqueux comme l'acide poly(12-hydroxystéarique) et leurs mélanges.
- 40 On peut aussi citer les corps gras pâteux siliconés tels que les polydiméthylsiloxanes (PDMS) ayant des chaînes pendantes du type alkyle ou alcoxy ayant de 8 à 24 atomes de carbone, et un point de fusion de 20-55°C, comme les stearyl dime-

thicones notamment ceux vendus par la société Dow Corning sous les noms commerciaux de DC2503 et DC25514, et leurs mélanges.

5 Le corps gras pâteux peut être présent dans la composition selon l'invention en une teneur allant de 0,01 à 60% en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 0,5 à 45 % en poids, et mieux allant de 2 % à 30 % en poids, dans la composition.

10 La composition selon l'invention peut contenir des agents tensioactifs émulsionnants présents notamment en une proportion allant de 2 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition, et mieux de 5 % à 15 %. Ces agents tensioactifs peuvent être choisis parmi des agents tensioactifs anioniques ou non ioniques. On peut se reporter au document « Encyclopedia of Chemical Technology, KIRK-OTHEMER », volume 22, p.333-432, 3ème édition, 1979, WILEY, pour la définition des propriétés et des fonctions (émulsionnant) des tensioactifs, en particulier  
15 p.347-377 de cette référence, pour les tensioactifs anioniques et non-ioniques.

Les tensioactifs utilisés préférentiellement dans la composition selon l'invention sont choisis :

20 - parmi les tensioactifs non-ioniques : les acides gras, les alcools gras, les alcools gras polyéthoxylés ou polyglycérolés tels que des alcools stéarylique ou cétylstéarylique polyéthoxylés, les esters d'acide gras et de saccharose, les esters d'alkyl glucose, en particulier les esters gras de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl glucose polyoxyéthylénés, et leurs mélanges.

25 - parmi les tensioactifs anioniques : les acides gras en C<sub>16</sub>-C<sub>30</sub> neutralisés par les amines, l'ammoniaque ou les sels alcalins, et leurs mélanges.

On utilise de préférence des tensioactifs permettant l'obtention d'émulsion huile-dans-eau ou cire-dans-eau.

30

La composition selon l'invention peut comprendre au moins un polymère filmogène.

35 Le polymère filmogène peut être présent dans la composition selon l'invention en une teneur en matières sèches allant de 0,1 % à 60 % en poids par rapport au poids total de la composition, de préférence de 0,5 % à 40 % en poids, et mieux de 1 % à 30 % en poids.

40 Dans la présente demande, on entend par "polymère filmogène", un polymère apte à former à lui seul ou en présence d'un agent auxiliaire de filmification, un film continu et adhérent sur un support, notamment sur les matières kératiniques comme les cils.

Parmi les polymères filmogènes utilisables dans la composition de la présente invention, on peut citer les polymères synthétiques, de type radicalaire ou de type polycondensat, les polymères d'origine naturelle, et leurs mélanges.

- 5 Par polymère filmogène radicalaire, on entend un polymère obtenu par polymérisation de monomères à insaturation notamment éthylénique, chaque monomère étant susceptible de s'homopolymériser (à l'inverse des polycondensats).  
Les polymères filmogènes de type radicalaire peuvent être notamment des polymères, ou des copolymères, vinyliques, notamment des polymères acryliques.

10

Les polymères filmogènes vinyliques peuvent résulter de la polymérisation de monomères à insaturation éthylénique ayant au moins un groupement acide et/ou des esters de ces monomères acides et/ou des amides de ces monomères acides.

15

Comme monomère porteur de groupement acide, on peut utiliser des acides carboxyliques insaturés  $\alpha,\beta$ -éthyléniques tels que l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide crotonique, l'acide maléique, l'acide itaconique. On utilise de préférence l'acide (méth)acrylique et l'acide crotonique, et plus préférentiellement l'acide (méth)acrylique.

20

Les esters de monomères acides sont avantageusement choisis parmi les esters de l'acide (méth)acrylique (encore appelé les (méth)acrylates), notamment des (méth)acrylates d'alkyle, en particulier d'alkyle en  $C_1$ - $C_{30}$ , de préférence en  $C_1$ - $C_{20}$ , des (méth)acrylates d'aryle, en particulier d'aryle en  $C_6$ - $C_{10}$ , des (méth)acrylates d'hydroxyalkyle, en particulier d'hydroxyalkyle en  $C_2$ - $C_6$ .

25

Parmi les (méth)acrylates d'alkyle, on peut citer le méthacrylate de méthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate de butyle, le méthacrylate d'isobutyle, le méthacrylate d'éthyl-2 hexyle, le méthacrylate de lauryle, le méthacrylate de cyclohexyle.

30

Parmi les (méth)acrylates d'hydroxyalkyle, on peut citer l'acrylate d'hydroxyéthyle, l'acrylate de 2-hydroxypropyle, le méthacrylate d'hydroxyéthyle, le méthacrylate de 2-hydroxypropyle.

Parmi les (méth)acrylates d'aryle, on peut citer l'acrylate de benzyle et l'acrylate de phényle.

35

Les esters de l'acide (méth)acrylique particulièrement préférés sont les (méth)acrylates d'alkyle.

Selon la présente invention, le groupement alkyle des esters peut être soit fluoré, soit perfluoré, c'est-à-dire qu'une partie ou la totalité des atomes d'hydrogène du groupement alkyle sont substitués par des atomes de fluor.

40

Comme amides des monomères acides, on peut par exemple citer les (méth)acrylamides, et notamment les N-alkyl (méth)acrylamides, en particulier d'alkyl en C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>. Parmi les N-alkyl (méth)acrylamides, on peut citer le N-éthyl acrylamide, le N-t-butyl acrylamide, le N-t-octyl acrylamide et le N-undécylacrylamide.

Les polymères filmogènes vinyliques peuvent également résulter de l'homopolymérisation ou de la copolymérisation de monomères choisis parmi les esters vinyliques et les monomères styréniques. En particulier, ces monomères peuvent être polymérisés avec des monomères acides et/ou leurs esters et/ou leurs amides, tels que ceux mentionnés précédemment.

Comme exemple d'esters vinyliques, on peut citer l'acétate de vinyle, le néodécanoate de vinyle, le pivalate de vinyle, le benzoate de vinyle et le t-butyl benzoate de vinyle.

Comme monomères styréniques, on peut citer le styrène et l'alpha-méthyl styrène.

Parmi les polycondensats filmogènes, on peut citer les polyuréthanes, les polyesters, les polyesters amides, les polyamides, et les résines époxyesters, les polyurées.

Les polyuréthanes peuvent être choisis parmi les polyuréthanes anioniques, cationiques, non-ioniques ou amphotères, les polyuréthanes-acryliques, les polyuréthanes-polyvinylpyrrolidones, les polyester-polyuréthanes, les polyéther-polyuréthanes, les polyurées, les polyurée-polyuréthanes, et leurs mélanges.

Les polyesters peuvent être obtenus, de façon connue, par polycondensation d'acides dicarboxyliques avec des polyols, notamment des diols.

L'acide dicarboxylique peut être aliphatique, alicyclique ou aromatique. On peut citer comme exemple de tels acides : l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide diméthylmalonique, l'acide succinique, l'acide glutarique, l'acide adipique, l'acide pimélique, l'acide 2,2-diméthylglutarique, l'acide azélaïque, l'acide subérique, l'acide sébacique, l'acide fumarique, l'acide maléique, l'acide itaconique, l'acide phtalique, l'acide dodécanedioïque, l'acide 1,3-cyclohexanedicarboxylique, l'acide 1,4-cyclohexanedicarboxylique, l'acide isophtalique, l'acide téréphtalique, l'acide 2,5-norbornane dicarboxylique, l'acide diglycolique, l'acide thiodipropionique, l'acide 2,5-naphtalènedicarboxylique, l'acide 2,6-naphtalènedicarboxylique. Ces monomères acide dicarboxylique peuvent être utilisés seuls ou en combinaison d'au moins deux monomères acide dicarboxylique. Parmi ces monomères, on choisit préférentiellement l'acide phtalique, l'acide isophtalique, l'acide téréphtalique.

Le diol peut être choisi parmi les diols aliphatiques, alicycliques, aromatiques. On utilise de préférence un diol choisi parmi : l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le

triéthylène glycol, le 1,3-propanediol, le cyclohexane diméthanol, le 4-butanediol. Comme autres polyols, on peut utiliser le glycérol, le pentaérythritol, le sorbitol, le triméthylol propane.

- 5 Les polyesters amides peuvent être obtenus de manière analogue aux polyesters, par polycondensation de diacides avec des diamines ou des amino alcools. Comme diamine, on peut utiliser l'éthylènediamine, l'hexaméthylènediamine, la méta- ou para-phénylènediamine. Comme aminoalcool, on peut utiliser la monoé-

10

Le polyester peut en outre comprendre au moins un monomère portant au moins un groupement  $-SO_3M$ , avec M représentant un atome d'hydrogène, un ion ammonium  $NH_4^+$  ou un ion métallique, comme par exemple un ion  $Na^+$ ,  $Li^+$ ,  $K^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ . On peut utiliser notamment un monomère aromatique bi-

15

Le noyau aromatique du monomère aromatique bifonctionnel portant en outre un groupement  $-SO_3M$  tel que décrit ci-dessus peut être choisi par exemple parmi les noyaux benzène, naphtalène, anthracène, diphényl, oxydiphényl, sulfonyldiphényl, méthylènediphényl. On peut citer comme exemple de monomère aromatique bi-

20

fonctionnel portant en outre un groupement  $-SO_3M$  : l'acide sulfoisophtalique, l'acide sulfotéréphtalique, l'acide sulfophtalique, l'acide 4-sulfonaphtalène-2,7-

25

dicarboxylique. On préfère utiliser des copolymères à base d'isophtalate/sulfoisophtalate, et plus particulièrement des copolymères obtenus par condensation de di-éthylèneglycol, cyclohexane di-méthanol, acide isophtalique, acide sulfoisophtalique.

30

Les polymères d'origine naturelle, éventuellement modifiés, peuvent être choisis parmi la résine shellac, la gomme de sandaraque, les dammars, les élémis, les copols, les polymères cellulosiques, et leurs mélanges.

35

Selon un premier mode de réalisation de la composition selon l'invention, le polymère filmogène peut être un polymère hydrosoluble et peut être présent dans une phase aqueuse de la composition ; le polymère est donc solubilisé dans la phase aqueuse de la composition. Comme exemples de polymères filmogènes hydrosol-

40

ubles, on peut citer :  
- les protéines comme les protéines d'origine végétale telles que les protéines de blé, de soja ; les protéines d'origine animale tels que les kératines, par exemples les hydrolysats de kératine et les kératines sulfoniques ;

- les polymères de cellulose tels que l'hydroxyéthylcellulose, l'hydroxypropylcellulose, la méthylcellulose, l'éthylhydroxyéthylcellulose, la carboxyméthylcellulose, ainsi que les dérivés quaternisés de la cellulose ;



- les polymères ou copolymères acryliques, tels que les polyacrylates ou les polyméthacrylates ;
- les polymères vinyliques, comme les polyvinylpyrrolidones, les copolymères de l'éther méthylvinylique et de l'anhydride malique, le copolymère de l'acétate de vinyle et de l'acide crotonique, les copolymères de vinylpyrrolidone et d'acétate de vinyle ; les copolymères de vinylpyrrolidone et de caprolactame ; l'alcool polyvinylique ;
- les polymères d'origine naturelle, éventuellement modifiés, tels que :
  - . les gommés arabiques, la gomme de guar, les dérivés du xanthane, la gomme de karaya ;
  - . les alginates et les carraghénanes ;
  - . les glycoaminoglycanes, l'acide hyaluronique et ses dérivés ;
  - . la résine shellac, la gomme de sandaraque, les dammars, les élémis, les copals ;
  - . l'acide désoxyribonucléique ;
  - . les mucopolysaccharides tels les chondroïtines sulfate, et leurs mélanges.

Selon une autre variante de réalisation de la composition selon l'invention, le polymère filmogène peut être un polymère solubilisé dans une phase grasse liquide comprenant des huiles ou solvants organiques tels que ceux décrits précédemment (on dit alors que le polymère filmogène est un polymère liposoluble). Par "phase grasse liquide", on entend, au sens de l'invention, une phase grasse liquide à température ambiante (25°C) et pression atmosphérique (760 mm de Hg, soit 10<sup>5</sup> Pa), composée d'un ou plusieurs corps gras liquides à température ambiante, appelés aussi huiles, généralement compatibles entre eux.

De préférence, la phase grasse liquide comprend une huile volatile, éventuellement en mélange avec une huile non volatile, les huiles pouvant être choisies parmi les huiles citées précédemment.

A titre d'exemple de polymère liposoluble, on peut citer les copolymères d'ester vinylique (le groupe vinylique étant directement relié à l'atome d'oxygène du groupe ester et l'ester vinylique ayant un radical hydrocarboné saturé, linéaire ou ramifié, de 1 à 19 atomes de carbone, lié au carbonyle du groupe ester) et d'au moins un autre monomère qui peut être un ester vinylique (différent de l'ester vinylique déjà présent), une  $\alpha$ -oléfine (ayant de 8 à 28 atomes de carbone), un alkylvinyléther (dont le groupe alkyl comporte de 2 à 18 atomes de carbone), ou un ester allylique ou méthallylique (ayant un radical hydrocarboné saturé, linéaire ou ramifié, de 1 à 19 atomes de carbone, lié au carbonyle du groupe ester).

Ces copolymères peuvent être réticulés à l'aide de réticulants qui ont pour but qui peuvent être soit du type vinylique, soit du type allylique ou méthallylique, tels que le tétraallyloxyéthane, le divinylbenzène, l'octanedioate de divinyle, le dodécanedioate de divinyle, et l'octadécanedioate de divinyle.

Comme exemples de ces copolymères, on peut citer les copolymères : acétate de vinyle/stéarate d'allyle, l'acétate de vinyle/laurate de vinyle, acétate de vinyle/stéarate de vinyle, acétate de vinyle/octadécène, acétate de vinyle/octadécylvinyléther, propionate de vinyle/laurate d'allyle, propionate de vinyle/laurate de vinyle, stéarate de vinyle/octadécène-1, acétate de vinyle/dodécène-1, stéarate de vinyle/éthylvinyléther, propionate de vinyle/cétyl vinyle éther, stéarate de vinyle/acétate d'allyle, diméthyl-2, 2 octanoate de vinyle/laurate de vinyle, diméthyl-2, 2 pentanoate d'allyle/laurate de vinyle, diméthyl propionate de vinyle/stéarate de vinyle, diméthyl propionate d'allyle/stéarate de vinyle, propionate de vinyle/stéarate de vinyle, réticulé avec 0,2 % de divinyl benzène, diméthyl propionate de vinyle/laurate de vinyle, réticulé avec 0,2 % de divinyl benzène, acétate de vinyle/octadécyl vinyl éther, réticulé avec 0,2 % de tétraallyloxyéthane, acétate de vinyle/stéarate d'allyle, réticulé avec 0,2 % de divinyl benzène, acétate de vinyle/octadécène-1 réticulé avec 0,2 % de divinyl benzène et propionate d'allyle/stéarate d'allyle réticulé avec 0,2 % de divinyl benzène.

Comme polymères filmogènes liposolubles, on peut également citer les homopolymères liposolubles, et en particulier ceux résultant de l'homopolymérisation d'esters vinyliques ayant de 9 à 22 atomes de carbone ou d'acrylates ou de méthacrylates d'alkyle, les radicaux alkyles ayant de 10 à 20 atomes de carbone.

De tels homopolymères liposolubles peuvent être choisis parmi le polystéarate de vinyle, le polystéarate de vinyle réticulé à l'aide de divinylbenzène, de diallyléther ou de phtalate de diallyle, le poly(méth)acrylate de stéaryle, le polylaurate de vinyle, le poly(méth)acrylate de lauryle, ces poly(méth)acrylates pouvant être réticulés à l'aide de diméthacrylate de l'éthylène glycol ou de tétraéthylène glycol.

Les copolymères et homopolymères liposolubles définis précédemment sont connus et notamment décrits dans la demande FR-A-2232303 ; ils peuvent avoir un poids moléculaire moyen en poids allant de 2.000 à 500.000 et de préférence de 4.000 à 200.000.

Comme polymères filmogènes liposolubles utilisables dans l'invention, on peut également citer les polyalkylènes et notamment les copolymères d'alcènes en  $C_2$ - $C_{20}$ , comme le polybutène, les alkylcelluloses avec un radical alkyle linéaire ou ramifié, saturé ou non en  $C_1$  à  $C_8$  comme l'éthylcellulose et la propylcellulose, les copolymères de la vinylpyrrolidone (VP) et notamment les copolymères de la vinylpyrrolidone et d'alcène en  $C_2$  à  $C_{40}$  et mieux en  $C_3$  à  $C_{20}$ . A titre d'exemple de copolymère de VP utilisable dans l'invention, on peut citer le copolymère de VP/acétate vinyle, VP/méthacrylate d'éthyle, la polyvinylpyrrolidone (PVP) butylée, VP/méthacrylate d'éthyle/acide méthacrylique, VP/eicosène, VP/hexadécène, VP/triacontène, VP/styrène, VP/acide acrylique/méthacrylate de lauryle.

La composition selon l'invention peut comprendre un agent plastifiant favorisant la formation d'un film avec le polymère filmogène. Un tel agent plastifiant peut être choisi parmi tous les composés connus de l'homme du métier comme étant susceptibles de remplir la fonction recherchée.

La composition selon l'invention peut également comprendre une matière colorante comme les matières colorantes pulvérulentes, les colorants liposolubles, les colorants hydrosolubles. Cette matière colorante peut être présente en une teneur allant de 0,01 % à 30 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

Les matières colorantes pulvérulentes peuvent être choisies parmi les pigments et les nacres.

Les pigments peuvent être blancs ou colorés, minéraux et/ou organiques, enrobés ou non. On peut citer, parmi les pigments minéraux, le dioxyde de titane, éventuellement traité en surface, les oxydes de zirconium, de zinc ou de cérium, ainsi que les oxydes de fer ou de chrome, le violet de manganèse, le bleu outremer, l'hydrate de chrome et le bleu ferrique. Parmi les pigments organiques, on peut citer le noir de carbone, les pigments de type D & C, et les laques à base de carmin de cochenille, de baryum, strontium, calcium, aluminium.

Les nacres peuvent être choisies parmi les pigments nacrés blancs tels que le mica recouvert de titane ou d'oxychlorure de bismuth, les pigments nacrés colorés tels que le mica titane avec des oxydes de fer, le mica titane avec notamment du bleu ferrique ou de l'oxyde de chrome, le mica titane avec un pigment organique du type précité ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth.

Les colorants liposolubles sont par exemple le rouge Soudan, le D&C Red 17, le D&C Green 6, le  $\beta$ -carotène, l'huile de soja, le brun Soudan, le D&C Yellow 11, le D&C Violet 2, le D&C orange 5, le jaune quinoléine, le rocou. Les colorants hydrosolubles sont par exemple le jus de betterave, le bleu de méthylène, le sel disodique de ponceau, le sel disodique du vert d'alizarine, le jaune de quinoléine, le sel trisodique d'amarante, le sel disodique de tartrazine, le sel monosodique de rhodamine, le sel disodique de fuchsine, la xanthophylle.

La composition de l'invention peut comprendre, en outre, tout additif usuellement utilisé en cosmétique tels que les antioxydants, les charges, les conservateurs, les parfums, les neutralisants, les épaississants, les vitamines, et leurs mélanges.

Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, la composition ne contient pas de filtre UV (filtre organique ou filtre minéral ; filtre absorbant ou réfléchissant le rayonnement ultra-violet).

Bien entendu l'homme du métier veillera à choisir les éventuels additifs complémentaires et/ou leur quantité de telle manière que les propriétés avantageuses de la composition selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas, altérées par l'adjonction envisagée.

La composition selon l'invention peut être fabriquée par les procédés connus, généralement utilisés dans le domaine cosmétique.

L'invention est illustrée plus en détail dans les exemples suivants.

**Exemples 1 à 6 :**

On a préparé un mascara anhydre selon l'invention (exemple 1) et 5 mascaras ne faisant pas partie de l'invention (exemples 2 à 6) ayant la composition suivante, en utilisant 6 cires différentes :

- Cire		27 g
- Bentonite		5,3 g
- Carbonate de propylène		1,7 g
- Copolymère acétate de vinyle/stéarate d'allyle (65/35) (Mexomère PQ de CHIMEX)		2,2 g
- Polyaurate de vinyle (Mexomère PP de CHIMEX)		0,7 g
- Silice		0,8 g
- Pigments		3,6 g
- Conservateurs	qs	
- Isododécane	qsp	100 g

Pour chaque composition, on a mesuré la viscosité et l'indice de consistance, et on a évalué la stabilité à 25 °C.

La mesure de la viscosité est effectuée à 25 °C avec un viscosimètre RHEOMAT RM 180 équipé d'un mobile n° 4, la mesure étant effectuée après 10 minutes de rotation du mobile (temps au bout duquel on observe une stabilisation de la viscosité et de la vitesse de rotation du mobile), à un cisaillement de 200 s<sup>-1</sup>.

La mesure de l'indice de consistance est effectuée avec un texturomètre TA-TX2i par la Société RHEO, équipé d'une sonde cylindrique en inox de 12 mm de diamètre.

- On remplit un récipient cylindrique (diamètre de 35 mm et profondeur de 15 mm) avec la composition de mascara à tester puis on arase la surface du produit contenu dans le récipient pour obtenir une surface bien plane du produit. La sonde cylindrique du texturomètre est déplacée à la vitesse de  $10 \text{ mm.s}^{-1}$  puis pénètre dans le mascara contenu dans le récipient cylindrique jusqu'à une profondeur de 0,2 mm. On mesure alors la force exercée par le mascara sur la sonde, cette force correspondant à l'indice de consistance du mascara, exprimée en Pa.

- La stabilité est évaluée par observation visuelle de la composition après deux semaines de stockage à  $25^\circ\text{C}$ .

La mesure du collant et de la dureté de la cire est effectuée selon la méthode de mesure décrite précédemment dans la description.

- On a obtenu les résultats suivants :

Exemple	Cire	Collant (N.s)	Dureté (MPa)	Viscosité (Pa.s)	Consistance (Pa)	Stabilité
1	Koster K 82 P	3,38	0,96	3,6	560	oui
2	Abeille	2,02	3,68	5,9	1842	oui
3	Huile jojoba hydrogénée	0,18	8,62	12,8	1991	oui
4	Huile ricin hydrogénée	0,08	2,77	Trop épais	22942	-
5	Cire d'orange <sup>(1)</sup>	0,09	0,09	< 1	Trop fluide	Non 2 phases
6	Cire de lanoline oxy-propylénée (5OP) <sup>(2)</sup>	0,14	0,06	< 1	Trop fluide	Non 2 phases

(1) vendue par la société Koster Keunen

(2) EMERY 1695 de la société COGNIS

20

On constate que la composition 1 selon l'invention est stable et présente la plus faible viscosité et la plus faible consistance. Les compositions 2 et 3 bien que stables ont une viscosité et une consistance plus élevée que celles de la composition 1. La composition 4 est trop épaisse et n'est donc pas adaptée pour être appliquée sur les cils à l'aide d'une brosse à mascara.

25

Les compositions 5 et 6 ne sont pas stables : elles présentent 2 phases au bout de deux semaines de stockage à  $25^\circ\text{C}$ .

**Exemple 7 :**

5 On a préparé un mascara émulsion cire-dans-eau ayant la composition suivante :

	- Cire collante (Kester Wax K 82 P de la société Koster Keunen)	28	g
	- Amino-2 méthyl-2 propanediol-1,3	0,5	g
10	- Triéthanolamine	2,4	g
	- Acide stéarique	5,8	g
	- Polymères non-ioniques hydrosolubles	4,3	g
	- Polyméthacrylate de sodium (Darvan 7 de la société VANDERBILT)	0,25	g MA
15	- Hydroxyéthylcellulose réticulée par l'épichlorhydrine quaternisée par la triméthylamine (JR 400 de la société UNION CARBIDE)	0,1	g
	- Pigments	5,4	g
	- Conservateurs	qs	
20	- Eau	qsp	100 g

Ce mascara est stable après 24 heures à température ambiante. Il s'applique facilement et adhère bien sur les cils. Le mascara forme un maquillage lisse et homogène, et épaissit les cils.

25

**Exemple 8 :**

On a préparé un mascara anhydre ayant la composition suivante :

30

	- Cire collante (Kester Wax K 82 P de la société Koster Keunen)	27	g
	- Bentonite	5,3	g
	- Carbonate de propylène	1,7	g
35	- Copolymère acétate de vinyle/stéarate d'allyle (65/35) (Mexomère PQ de CHIMEX)	2,2	g
	- Polyaurate de vinyle (Mexomère PP de CHIMEX)	0,7	g
	- Stéarate de l'oligomère de l'acide 12-hydroxystéarique (SOLSPERSE 21000 de AVECIA)	0,1	g
40	- Silice	0,8	g
	- Pigments	4,2	g
	- Conservateurs	qs	
	- Isododécane	qsp	100 g

Ce mascara waterproof adhère bien sur les cils. Il confère aux cils un maquillage lisse et homogène, très séparant.

5

**Exemple 9 :**

On a préparé un mascara anhydre ayant la composition suivante :

10	- Cire collante (Kester Wax K 82 P de la société Koster Keunen)	35 g
	- Bentonite	5,3 g
	- Carbonate de propylène	1,7 g
	- Copolymère acétate de vinyle/stéarate d'allyle (65/35)	
15	(Mexomère PQ de CHIMEX)	2,2 g
	- Polylaurate de vinyle (Mexomère PP de CHIMEX)	0,7 g
	- Stéarate de l'oligomère de l'acide 12-hydroxystéarique (SOLSPERSE 21000 de AVECIA)	0,1 g
	- Silice	0,8 g
20	- Pigments	4,2 g
	- Conservateurs	qs
	- Isododécane	qsp 100g

25 Ce mascara waterproof adhère bien sur les cils. Il confère aux cils un maquillage lisse et homogène et chargeant.

**Exemple 10 :**

30 On a préparé un mascara émulsion cire-dans-eau ayant la composition suivante :

	- Cire collante (Kester Wax K 82 P de la société Koster Keunen)	15 g
	- Cire d'abeille	10 g
35	- Amino-2 méthyl-2 propanediol-1,3	0,5 g
	- Triéthanolamine	2,4 g
	- Acide stéarique	5,8 g
	- Polymères non-ioniques hydrosolubles	4,3 g
	- Polyméthacrylate de sodium (Darvan 7 de la société VANDERBILT)	0,25 g MA
40	- Hydroxyéthylcellulose réticulée par l'épichlorhydrine quaternisée par la triméthylamine (JR 400 de la société UNION CARBIDE)	0,1 g

- Pigments		5,4 g
- Conservateurs	qs	
- Eau	qsp	100 g

5 Ce mascara adhère bien sur les cils. Le maquillage est lisse et homogène.

### **Exemple 11 :**

10 On a préparé un mascara émulsion cire-dans-eau ayant la composition suivante :

	- Cire collante (Kester Wax K 82 P de la société Koster Keunen)	10 g
	- Cire d'abeille	5 g
15	- Amino-2 méthyl-2 propanediol-1,3	0,5 g
	- Triéthanolamine	2,4 g
	- Acide stéarique	5,8 g
	- Polymères non-ioniques hydrosolubles	4,3 g
20	- Polyméthacrylate de sodium (Darvan 7 de la société VANDERBILT)	0,25 g MA
	- Hydroxyéthylcellulose réticulée par l'épichlorhydrine quaternisée par la triméthylamine (JR 400 de la société UNION CARBIDE)	0,1 g
	- Pigments	5,4 g
25	- Conservateurs	qs
	- Eau	qsp 100 g

Ce mascara s'applique facilement sur les cils et la maquillage des cils est lisse et homogène.

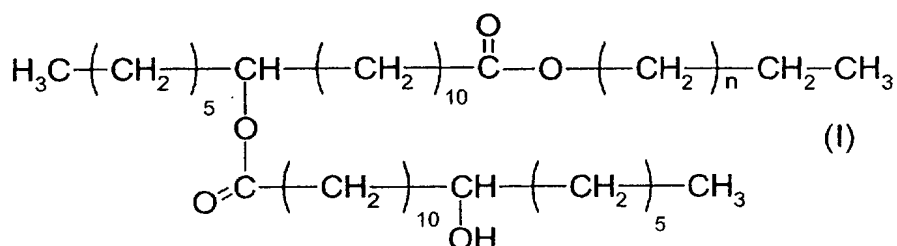


## REVENDICATIONS

1. Mascara comprenant, dans un milieu cosmétiquement acceptable, une cire  
5 ayant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa.
2. Mascara selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la cire a un collant  
allant de 0,7 N.s à 30 N.s.
- 10 3. Mascara selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que la cire a un collant supérieur ou égal à 1 N.s, de préférence allant de 1 N.s à 20 N.s.
4. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé  
15 par le fait que la cire a un collant supérieur ou égal à 2 N.s, de préférence allant de 2 N.s. à 10 N.s et encore mieux allant de 2N.s à 5N.s
5. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé  
par le fait que la cire a une dureté allant de 0,01 à 3,5 MPa.
- 20 6. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire a une dureté allant de 0,05 MPa à 3 MPa, et de préférence allant de 0,1 MPa à 2,5 MPa.
- 25 7. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire est un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>.
8. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé  
par le fait que la cire est présente en une teneur allant de 0,5 % à 60 % en poids,  
30 par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 1 % à 50 % en poids, et préférentiellement allant de 10 % à 40 % en poids.
9. Mascara comprenant, dans un milieu cosmétiquement acceptable, un (hy-  
droxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>.
- 35 10. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'(hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> est présent en une teneur allant de 0,5 % à 60 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 5 % à 50 % en poids, et préférentiellement allant de 10 % à 40 %  
40 en poids.
11. Mascara selon la revendication 9 ou 10, caractérisé par le fait que l'(hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> répond à la formule (I) suivante :

## REVENDICATIONS

- 5 1. Mascara comprenant, dans un milieu cosmétiquement acceptable, une cire ayant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa.
- 10 2. Mascara selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la cire a un collant allant de 0,7 N.s à 30 N.s.
3. Mascara selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que la cire a un collant supérieur ou égal à 1 N.s, de préférence allant de 1 N.s à 20 N.s.
- 15 4. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire a un collant supérieur ou égal à 2 N.s, de préférence allant de 2 N.s. à 10 N.s.
- 20 5. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire a une dureté allant de 0,01 à 3,5 MPa.
6. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire a une dureté allant de 0,05 MPa à 3 MPa, et de préférence allant de 0,1 MPa à 2,5 MPa.
- 25 7. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire est un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>.
- 30 8. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la cire est présente en une teneur allant de 0,5 % à 60 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 5 % à 50 % en poids, et préférentiellement allant de 10 % à 40 % en poids.
- 35 9. Mascara comprenant, dans un milieu cosmétiquement acceptable, un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub>.
- 40 10. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'(hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> est présent en une teneur allant de 0,5 % à 60 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 5 % à 50 % en poids, et préférentiellement allant de 10 % à 40 % en poids.
11. Mascara selon la revendication 9 ou 10, caractérisé par le fait que l'(hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> répond à la formule (I) suivante :



5 dans laquelle n est un entier allant de 18 à 38, ou un mélange de composés de formule (I).

12. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'il comprend une phase aqueuse.

10 13. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une phase aqueuse formée d'eau ou d'un mélange d'eau et de solvant organique miscible à l'eau.

15 14. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que le solvant organique miscible à l'eau est choisi parmi les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone, les glycols ayant de 2 à 8 atomes de carbone, les cétones en C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, les aldéhydes en C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>.

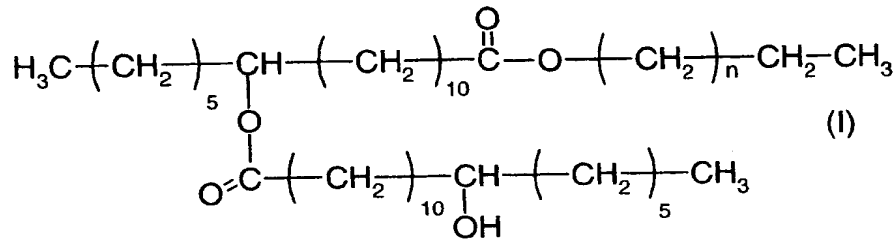
20 15. Mascara selon l'une des revendications 39 ou 40, caractérisé par le fait que la phase aqueuse est présente en une teneur allant de 1 % à 95 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 3 % à 80 % en poids, et préférentiellement allant de 5 % à 60 % en poids.

25 16. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une huile volatile.

30 17. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'huile volatile est choisies parmi les huiles hydrocarbonées, les huiles siliconées, ou leurs mélanges.

35 18. Mascara selon l'une des revendications 16 ou 17, caractérisé par le fait que l'huile volatile est présente en une teneur allant de 0,1 % à 98 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 1 % à 65 % en poids.

19. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une huile non volatile.



5 dans laquelle n est un entier allant de 18 à 38, ou un mélange de composés de formule (I).

12. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'il comprend une phase aqueuse.

10 13. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une phase aqueuse formée d'eau ou d'un mélange d'eau et de solvant organique miscible à l'eau.

15 14. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que le solvant organique miscible à l'eau est choisi parmi les monoalcools inférieurs ayant de 1 à 5 atomes de carbone, les glycols ayant de 2 à 8 atomes de carbone, les cétones en C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, les aldéhydes en C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>.

20 15. Mascara selon l'une des revendications 39 ou 40, caractérisé par le fait que la phase aqueuse est présente en une teneur allant de 1 % à 95 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 3 % à 80 % en poids, et préférentiellement allant de 5 % à 60 % en poids.

25 16. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une huile volatile.

30 17. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'huile volatile est choisies parmi les huiles hydrocarbonées, les huiles siliconées, ou leurs mélanges.

35 18. Mascara selon l'une des revendications 16 ou 17, caractérisé par le fait que l'huile volatile est présente en une teneur allant de 0,1 % à 98 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 1 % à 65 % en poids.

19. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une huile non volatile.

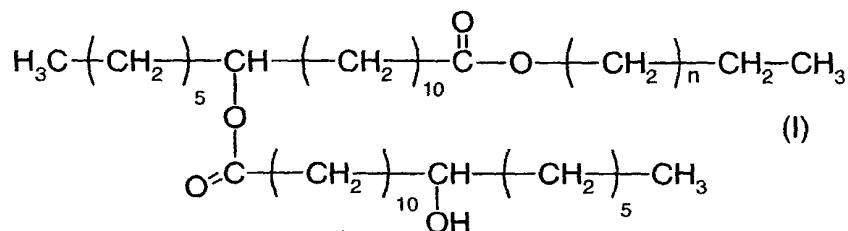
20. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'huile non volatile est présente en une teneur allant de 0,1 % à 30 % en poids, de préférence de 0,1 % à 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition, et mieux de 0,1 % à 10 % en poids.
- 5 21. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un polymère filmogène.
- 10 22. Mascara selon la revendication 21 et l'une des revendications 12 à 15, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est solubilisé dans la phase aqueuse.
- 15 23. Mascara selon la revendication 21 et l'une des revendications 16 à 20, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est solubilisé dans une phase grasse liquide.
- 20 24. Mascara selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est présent en une teneur en matières sèches allant de 0,1 % à 60 % en poids par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 0,5 % à 40 % en poids, et préférentiellement allant de 1 % à 30 % en poids.
- 25 25. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une cire additionnelle.
- 30 26. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que la cire additionnelle est présente dans le mascara en une teneur allant de 0,1 % à 35 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 0,1 % à 20 % en poids, et mieux de 1 % à 10 % en poids.
- 35 27. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un tensioactif.
28. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un additif choisi parmi les matières colorantes, les antioxydants, les charges, les corps gras pâteux, les conservateurs, les parfums, les neutralisants, les épaississants, les vitamines, les agents de coalescence, les plastifiants, et leurs mélanges.
- 40 29. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition ne contient pas de filtre UV.

20. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'huile non volatile est présente en une teneur allant de 0,1 % à 30 % en poids, de préférence de 0,1 % à 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition, et mieux de 0,1 % à 10 % en poids.
- 5
21. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un polymère filmogène.
22. Mascara selon la revendication 21 et l'une des revendications 12 à 15, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est solubilisé dans la phase aqueuse.
- 10
23. Mascara selon la revendication 21 et l'une des revendications 16 à 20, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est solubilisé dans une phase grasse liquide.
- 15
24. Mascara selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisé par le fait que le polymère filmogène est présent en une teneur en matières sèches allant de 0,1 % à 60 % en poids par rapport au poids total de la composition, de préférence allant de 0,5 % à 40 % en poids, et préférentiellement allant de 1 % à 30 % en poids.
- 20
25. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend une cire additionnelle.
- 25
26. Mascara selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que la cire additionnelle est présente dans le mascara en une teneur allant de 0,1 % à 50 % en poids, par rapport au poids total de la composition, de préférence de 0,5 % à 30 % en poids, et mieux de 1 % à 20 % en poids.
- 30
27. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un tensioactif.
28. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'il comprend un additif choisi parmi les matières colorantes, les antioxydants, les charges, les corps gras pâteux, les conservateurs, les parfums, les neutralisants, les épaississants, les vitamines, les agents de coalescence, les plastifiants, et leurs mélanges.
- 35
29. Mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition ne contient pas de filtre UV.
- 40

- $$\begin{array}{c} \text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_5-\text{CH}-(\text{CH}_2)_{10}-\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-\text{O}-(\text{CH}_2)_n-\text{CH}_2-\text{CH}_3 \\ | \\ \text{O} \\ | \\ \text{O}=\text{C}-(\text{CH}_2)_{10}-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}-(\text{CH}_2)_5-\text{CH}_3 \end{array} \quad (\text{I})$$

- 20 dans laquelle n est un entier allant de 18 à 38, ou un mélange de composés de formule (I).

30. Procédé cosmétique de maquillage ou de soin non thérapeutique des cils comprenant l'application sur les cils d'un mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes.
- 5 31. Utilisation d'un mascara selon l'une quelconque des revendications précédentes pour obtenir un maquillage des cils homogène et/ou lisse et/ou épais et/ou une bonne séparation des cils maquillés.
- 10 32. Utilisation d'une cire ayant un collant supérieur ou égal à 0,7 N.s et une dureté inférieure ou égale à 3,5 MPa, dans une composition de mascara, obtenir un maquillage des cils homogène et/ou lisse et/ou épais et/ou obtenir un mascara stable et/ou une bonne séparation des cils maquillés.
- 15 33. Utilisation selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que la cire est un (hydroxystéaryloxy)stéarate d'alkyle en C<sub>20</sub>-C<sub>40</sub> répondant à la formule (I) suivante :



- 20 dans laquelle n est un entier allant de 18 à 38, ou un mélange de composés de formule (I).





DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

<b>V s références pour ce dossier</b> (facultatif)		OA02250/BN/SD	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0211104	
<b>TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> Mascara comprenant une cire collante			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> L'ORÉAL 14, rue Royale 75008 PARIS FRANCE			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		DE LA POTERIE	
Prénoms		Valérie	
Adresse	Rue	83, Allée de la Belle Cordière	
	Code postal et ville	77820	LE CHATELET EN BRIE
Société d'appartenance (facultatif)		L'OREAL	
Nom		DAUBIGE	
Prénoms		Thérèse	
Adresse	Rue	455, Grande Rue	
	Code postal et ville	77480	MOUSSEAU LES BRAY
Société d'appartenance (facultatif)		L'OREAL	
Nom		STYCZEN	
Prénoms		Patrice	
Adresse	Rue	21, Allée de la Clairière	
	Code postal et ville	91190	GIF-SUR-YVETTE
Société d'appartenance (facultatif)		L'OREAL	
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) 26 Février 2003 Denis BOULARD			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

**FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,  
GARRETT & DUNNER, L.L.P.  
1300 I STREET, N.W.  
WASHINGTON, D.C. 20005**

**NEW U.S. PATENT APPLICATION  
FILING DATE: SEPTEMBER 5, 2003  
INVENTORS: VALERIE DE LA POTERIE ET AL.  
ATTY. DOCKET NO.: 05725.1237-00000**